

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-148388

(43)公開日 平成6年(1994)5月27日

| (51)Int.Cl. <sup>5</sup> | 識別記号  | 庁内整理番号   | FI | 技術表示箇所 |
|--------------------------|-------|----------|----|--------|
| G 2 1 F 1/10             |       | 8204-2G  |    |        |
| C 0 8 G 59/32            | N H S | 8416-4 J |    |        |
| 59/56                    | N J D | 8416-4 J |    |        |
| C 0 8 L 63/00            | N K X | 8830-4 J |    |        |

審査請求 未請求 請求項の数4(全 7 頁)

|          |                  |         |  |
|----------|------------------|---------|--|
| (21)出願番号 | 特願平4-300171      | (71)出願人 | 000004466<br>三菱瓦斯化学株式会社<br>東京都千代田区丸の内2丁目5番2号     |
| (22)出願日  | 平成4年(1992)11月10日 | (71)出願人 | 000126609<br>株式会社アスク<br>神奈川県横浜市鶴見区鶴見中央2丁目5番5号    |
|          |                  | (72)発明者 | 関 喜位郎<br>神奈川県平塚市東八幡5丁目6番2号 三菱瓦斯化学株式会社プラスチックセンター内 |
|          |                  | (74)代理人 | 弁理士 大谷 保   |
|          |                  | 最終頁に続く  |  |

(54)【発明の名称】 中性子遮蔽材用組成物

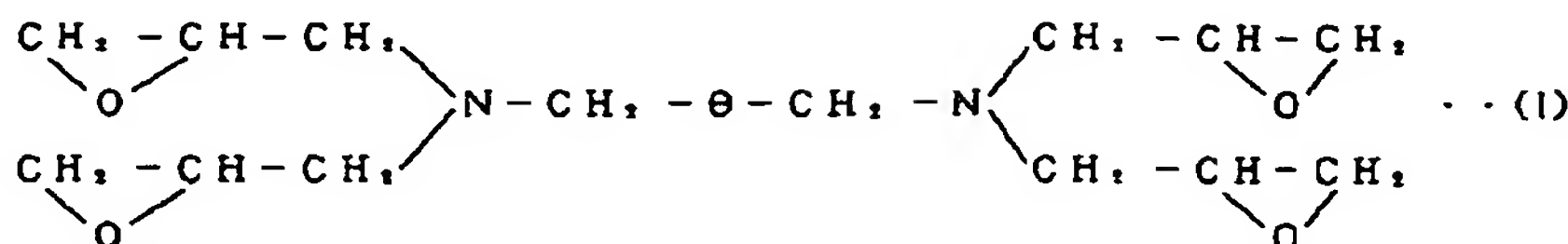
(57)【要約】

【目的】 常温における作業性、ポットライフにすぐれた中性子遮蔽材用組成物を提供する。

【構成】 通常のエポキシ樹脂と共に、特定のエポキシ樹脂である1, 3-ビス(N, N-ジグリシジルアミノメチル)シクロヘキサンを併用し、硬化剤としてはポリアミン混合物およびイミダゾール系化合物を用い、さらに、硼素化合物及び無機系充填剤を添加した中性子遮蔽材用組成物である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 少なくとも構造式(I) で示される  
1, 3-ビス (N, N-ジグリシジルアミノメチル) シ



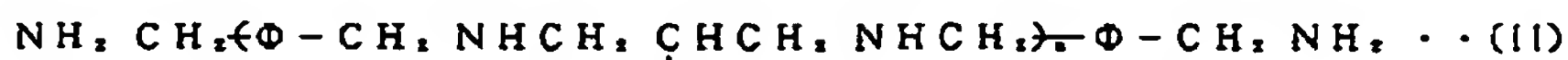
(ただし、 $\Theta$ はメタ位置換のシクロヘキシレン基を表す。)

クロヘキサンを一成分とするエポキシ樹脂、

【化1】

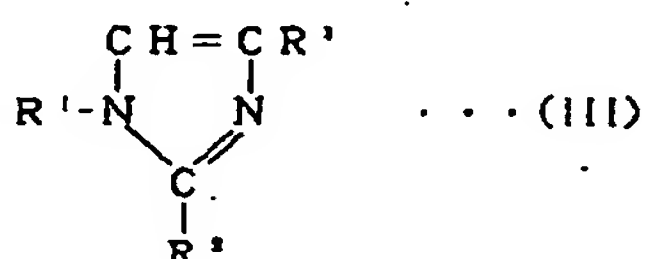
(B) 構造式(II)で示されるポリアミン混合物

【化2】



(ただし、 $\Phi$ はメタ位置換のフェニレン基を表し、 $n$ は0から12までの整数を表す。)と構造式(III)で示されるイミダゾール化合物

【化3】



(ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ はそれぞれ水素または炭素数1~18のアルキル基を示す。)の混合物からなるエポキシ樹脂硬化剤、

(C) 硼素化合物、

及び

(D) 無機充填剤

からなることを特徴とする中性子遮蔽材用組成物。

【請求項2】 構造式(I)で示されるエポキシ樹脂が、エポキシ樹脂及びエポキシ樹脂硬化剤からなる樹脂成分に対して、65~95重量%であることを特徴とする請求項1記載の中性子遮蔽材用組成物

【請求項3】 構造式(II)で示されるポリアミン混合物の添加量が、その活性水素当量がエポキシ樹脂のエポキシ基当量の30~70%であることを特徴とする請求項1又は2記載の中性子遮蔽材用組成物

【請求項4】 構造式(III)で示されるイミダゾール化合物が、エポキシ樹脂及びエポキシ樹脂硬化剤からなる樹脂成分に対して、1~10重量%であることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の中性子遮蔽材用組成物

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は中性子遮蔽材用組成物に関する。更に詳細には、未硬化状態では粘度が低く、成形作業に十分なポットライフを有するとともに、硬化後は優れた耐熱性と、広範囲の温度領域において優れた機械特性を有し、原子炉や核燃料再処理工場等の放射性物質の取扱施設、格納容器、輸送容器等に中性子遮蔽材と

して利用可能な常温硬化型のエポキシ樹脂組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、原子力産業の発展に伴い、各種の原子力施設、例えば原子炉、核燃料再処理工場、サイクロトロン装置等における優れた放射線遮蔽材料の出現は、人体が受ける放射線の量を極力低減し、また各種原子力施設の構造材や機器材料を放射線による損傷から守る目的でこの業界では重要な課題となっている。つまり、放射性同位元素からの中性子は、エネルギーが高く、強力な透過力を有し、かつ他の物質と衝突するとガンマ線を発生し、人体に重大な傷害を与え、また原子力施設の各種材料を損傷することが多いため、この中性子を安全確実に遮蔽する材料の開発が要望されている。

【0003】 従来、中性子遮蔽材としてはコンクリートがよく使用されているが、遮蔽壁としては相当の厚みを要し、原子力船のごとく重量や容積に制限のある原子力施設での遮蔽材料としては不適であり、材料の軽量化が望まれてきた。

【0004】 元来、中性子のうち、高速中性子はほぼ同じ質量の水素元素と衝突することによりエネルギーが吸収され、効果的に減速されるので、水素密度の高い物質が高速中性子の遮蔽に有効であるとされ、水、パラフィン、ポリエチレン等の使用が提案され、一部実用にも供されている。しかし、水等の液体は上記コンクリートに比べ軽量ではあるが、液体であること自体、取扱い上その用途が限定され、また最終的にはそれらを収納する容器材質の中性子遮蔽性が問題となり、根本的解決はされていない。

【0005】 一方、軽量でしかも水素原子が多く含まれており、中性子の減速材としての効果が大きいパラフィン、ポリエチレン等のポリオレフィン系熱可塑性樹脂、不飽和ポリエステル樹脂等の熱硬化性樹脂、ポリメタクリル酸エステル樹脂等それ自体、これ等の混合物、又は低速および熱中性子に対して大きな吸収断面積を有することが知られている硼素化合物をこれらに配合した硼素化合物含有パラフィン、硼素化合物含有ポリエチレン、

硼素化合物含有ポリメタクリル酸エステル等が提案されている。

【0006】更に具体的には、ポリエチレン（エチレン-プロピレン共重合体を含む）粉末を配合したエポキシ樹脂（特開昭60-194394号）、エチレン-ポリビニルアルコール共重合体粉末を配合したエポキシ樹脂（特開平3-25398号）、または不飽和ポリエステル樹脂等の熱硬化性樹脂（特公昭62-18040号、特公昭62-53080号）等で構成された中性子遮蔽材が提案されている。

【0007】しかし、ここに用いられているポリエチレン等のポリオレフィン系合成樹脂は、耐熱性も低く、また、その使用目的の容器とか遮蔽壁等にあらかじめ熔融成形加工を施す必要があり、そのための成形機器、金型等に多額の経費を必要とし、また簡単な形状のブロックを成形して積み上げ使用としてもその間隙を充填、固定する目地材や接着材の材質に問題が生じうる。

【0008】この点、上記ポリエチレン粉末を配合したエポキシ樹脂や不飽和ポリエステル樹脂は、現場成形が可能であり、マトリックス樹脂としてのエポキシ樹脂と硬化剤を混合した液状混合樹脂を、決められた手段（主に手作業）により金属面やコンクリート面に塗料として塗装したり、型枠中へ流し込む注型樹脂として現場成形したりしている。これらエポキシ樹脂、あるいは不飽和ポリエステル樹脂等の熱硬化性樹脂にポリエチレンの粉末を配合して成形された中性子遮蔽材は一応有効な効果を示すが、未硬化の配合液の粘度が高いため作業性が悪く、更にポットライフが短いため十分な作業時間をとることが出来ない等の問題がある。また、上記混合樹脂の

硬化物は、耐熱性や機械物性においてなお満足出来る配合樹脂系ではない。

【0009】また、不飽和ポリエステルに硼素化合物を配合した中性子遮蔽材は耐熱性を改良することができるが、強度（特に圧縮強度）、接着性の点で満足すべきものではないため、遮蔽材として最適のものではない。

【0010】

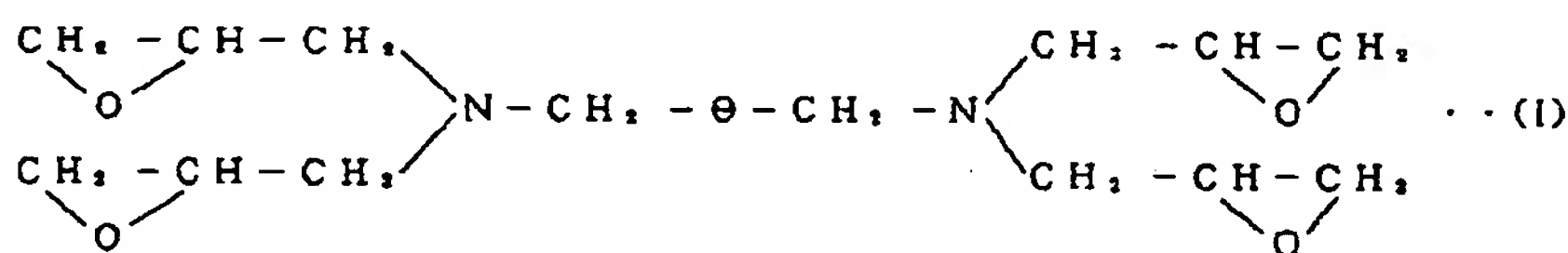
【発明が解決しようとする課題】従って、原子炉施設、使用済み核燃料貯蔵施設、プルトニウム燃料加工施設など今日の原子力施設においては、現場作業に都合の良い程度の低い粘度を有し、作業時間内には急激な硬化が進まず（いわゆるポットライフが長い）、特に加熱を必要とせず常温程度で硬化し、硬化後は機械強度特に圧縮強度が低温から高温まで広範囲の温度領域において保持できる中性子遮蔽材の開発が急務となっている。本発明は、これらの点を解決した中性子遮蔽材に好適な組成物を見出すことを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明者等は鋭意研究をした結果、特殊なエポキシ樹脂の併用、特定の硬化剤の併用、更に硼素化合物及び無機充填剤を添加してなる組成物が好適であることを見出し、本発明を完成した。即ち本発明の要旨は、(A) 少なくとも構造式(I)で示される1, 3-ビス(N, N-ジグリシジルアミノメチル)シクロヘキサンを一成分とするエポキシ樹脂、

【0012】

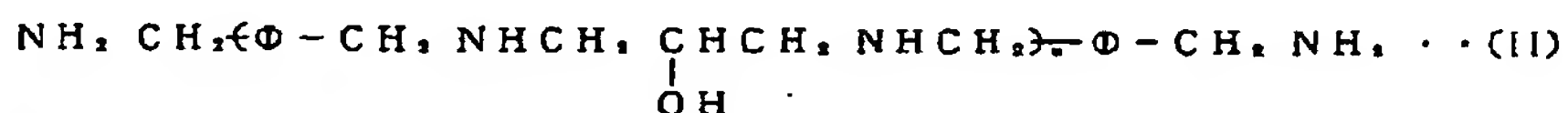
【化4】



【0013】（ただし、 $\Theta$ はメタ位置換のシクロヘキシル基を表す。）(B) 構造式(II)で示されるポリアミン混合物

【0014】

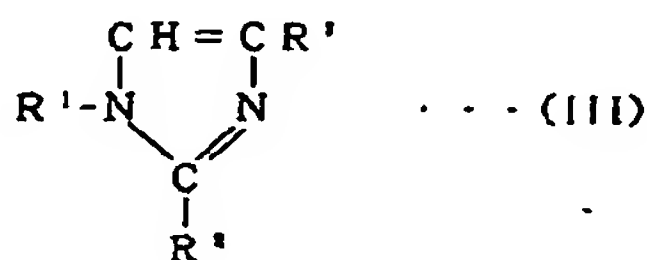
【化5】



【0015】（ただし、 $\Phi$ はメタ位置換のフェニレン基を表し、nは0から12までの整数を表す。）と構造式(III)で示されるイミダゾール化合物

【0016】

【化6】



【0017】（ただし、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 及び $\text{R}^3$ はそれぞれ水素又は炭素数1~18のアルキル基を示す。）の混合物からなるエポキシ樹脂硬化剤、(C) 硼素化合物、及び(D) 無機充填剤からなる中性子遮蔽材用組成物にある。

【0018】この組成物は硬化前の粘度は低く、且つポットライフは十分長く、しかも常温程度の温度で硬化可能であり、硬化物は低温から高温までの広範囲において機械強度、特に圧縮強度に優れている中性子遮蔽材となし得ることが分かった。



【0019】本発明に用いられるエポキシ樹脂は、少なくとも前記構造式(I)で示される多官能アミン系エポキシ樹脂を必須の成分とし、その他のエポキシ樹脂としてはビスフェノールAやビスフェノールF等のポリフェノール類化合物のグリシジルエーテル系エポキシ樹脂、エチレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、ポリオキシアルキレングリコール等の多価アルコール類のグリシジルエーテル系エポキシ樹脂、ビニルシクロヘキセンジオキシド、ジシクロペンタジエンジオキシド等の脂環族エポキシ樹脂、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、ヘキサヒドロフタル酸等のポリカルボン酸のポリグリシジルエステル系エポキシ樹脂、等が挙げられる。

【0020】前記構造式(I)で示される多官能アミン系エポキシ樹脂は、上記グリシジルエーテルやグリシジルエステル類等のエポキシ樹脂に比べ、常温での粘度が低いので常温付近での作業性を向上させることができる。他、アミン系硬化剤との硬化反応速度も遅くポットライフを延長させることができるので、この多官能アミン系エポキシ樹脂の配合されたエポキシ樹脂組成物は利用範囲が広い。さらに、従来の上記多官能性エポキシ樹脂に比し、構造式(I)で示した多官能アミン系エポキシ樹脂を配合したエポキシ樹脂は、その硬化物の機械強度、特に圧縮強度に優れ、また硬化物の耐熱性も高いためにその機械強度は高温まで保持できる。又、構造式(I)で示される多官能アミン系エポキシ樹脂は、合成樹脂、ガラス、金属その他の有機系、無機系繊維との密着性にもすぐれているため、繊維補強樹脂材料のマトリックス材の成分として有効である。なお、この構造式(I)で示される多官能アミン系エポキシ樹脂は、シクロヘキサン環を有するので水素含量を高めることができ、それ故中性子の遮蔽効果を向上させ得る特性を有する。

【0021】本発明に係る中性子遮蔽材用組成物は、構造式(I)で示される特殊な多官能アミン系エポキシ樹脂を成分とし、前記グリシジルエーテルやグリシジルエステル類のエポキシ樹脂特にグリシジルエーテル類のエポキシ樹脂と混合して使用するのが良く、その混合割合は作業性、ポットライフ、硬化物物性及び中性子遮蔽性能との兼ね合いで決めることが出来、その混合比率は構造式(I)で示されるエポキシ樹脂がエポキシ樹脂と下記に詳述するエポキシ樹脂硬化剤とからなる樹脂成分に対して65重量%以上95重量%以下が好ましい。65重量%未満ではこの構造式(I)で示されるエポキシ樹脂の特長が充分には発揮され難く、又95重量%を超えるとポットライフの調整が難しくなる。

【0022】次に、本発明において用いられる上記構造式(I)で示される1,3-ビス(N,N-ジグリシジルアミノメチル)シクロヘキサンの製造方法の一例の概略を説明する。窒素ガス雰囲気下にエピクロルヒドリンと水との混合溶液に1,3-ビス(アミノメチル)シクロ

ヘキサンの所定量を、35~40℃に保ちつつ添加して反応させ反応終了後、水酸化ナトリウムで中和した。次に水及び未反応のエピクロルヒドリンを減圧下に留去し、残留物を混合キシレンに溶解して、不溶成分をろ過除去し、その後、揮発成分を留去すれば1,3-ビス

(N,N-ジグリシジルアミノメチル)シクロヘキサンを得ることができる。例えば原料として、エピクロルヒドリン455部、水25.3部、1,3-ビス(アミノメチル)シクロヘキサン100部を使用したとき、得られた1,3-ビス(N,N-ジグリシジルアミノメチル)シクロヘキサンの粘度を測定した結果は2800センチポイズ(25℃)であった。しかも、25℃で5ヶ月保存後の初期粘度に対する増粘倍率は1.02倍程度の安定したものであった。

【0023】エポキシ樹脂硬化剤としては、前記構造式(II)で示されるポリアミン混合物と前記構造式(III)で示されるイミダゾール化合物が混合使用される。構造式(II)で示されるポリアミン化合物を「ポリアミン混合物」とした理由は、このポリアミン化合物の製造方法及びその反応物の効果に由来するものである。すなわち、構造式(II)で示されるポリアミン化合物はメタキシリレンジアミンとエピクロルヒドリンとを原料にして合成されるが、未反応のメタキシリレンジアミン(即ち $n=0$ )も混在するばかりかポリアミン化合物の重合度も一定でなく、分子中にアミノ基のみのもの、アミノ基(1級及び又は2級)と水酸基の両者を含有するものなどが混在すること、しかもこの混合物が本願発明のエポキシ樹脂硬化剤として優れていることにある。構造式(II)における $n$ は0~12であり、 $n=0$ は上記のごとく未反応のメタキシリレンジアミンを意味するが、 $n$ が12を超える成分が多くなると組成物の粘度が上昇してくるので不都合であり、本発明の目的は達成し難い。

【0024】このような構造式(II)で示されるポリアミン混合物は、エポキシ樹脂の硬化剤として使用すると本発明の目的に対して通常の硬化剤では得られない低温硬化性に優れ、鋼板やコンクリートへの接着性に優れたものが得られる。しかし、このポリアミン混合物のみでは、硬化物の耐熱性特に高温時の機械強度などが劣る。従って、本発明においては、一般に耐熱性の高い硬化物を与えられている構造式(III)で示されるイミダゾール化合物でポリアミン混合物の一部を置き換えることにより、高温時における耐熱性に優れた硬化物を得ることに成功したものであり、上記問題点は解決された。ここで、硬化剤として、イミダゾール化合物のみを使用すると、耐水性が低下し、更に構造式(I)で示されるエポキシ樹脂は、4官能性のため急激に反応が進行するため発熱が大きくなって脱泡が困難となり不都合である。なお、この構造式(III)において、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ は、それぞれ水素又は炭素数1~18のアルキル基から選ばれる。

【0025】このイミダゾール化合物をエポキシ樹脂の硬化剤として使用すると、耐熱性にすぐれた硬化物が得られることが一般に良く知られており、主に一液性エポキシ樹脂の硬化剤として加熱硬化の用途で使用されている。本発明において、前記構造式(II)で示されるポリアミン混合物と併用すれば、先ず常温で硬化が開始し、次に高温で硬化を行うか、使用時における放射性廃棄物による発熱等により高温硬化が進行し、結果として高温時における耐熱性に優れる硬化物が得られるものと推定される。

【0026】上述の如く、本発明に係る中性子遮蔽材用組成物に使用される硬化剤としては、この構造式(II)で示されるポリアミン混合物と構造式(III)で示されるイミダゾール化合物とを併用されることが必要であるが、構造式(II)で示されるポリアミン混合物の添加量は、その活性水素当量（ここに言う活性水素とはメタキシリレンジアミンに由来する1級アミノ基と2級アミノ基の水素及びエピクロルヒドリンに由来する上記水酸基の水素を指す）が、エポキシ樹脂のエポキシ基当量に対し30～70%が好ましい。この添加量が30%未満では、硬化速度が遅いため実用上不都合であり、逆に、70%を超えるとエポキシ樹脂とエポキシ樹脂硬化剤からなる樹脂成分の粘度が高くなるため脱泡が難しくなり、また本発明において使用されるエポキシ樹脂の一部が4官能性であるが故に反応の進行に伴い発熱が急激に起こることがあるのでこの点でも好ましくない。

【0027】構造式(III)で示されるイミダゾール化合物は、上記の如く本発明に係る中性子遮蔽材用組成物を使用して成形された中性子遮蔽材の高温での機械物性を発現させるために重要であり、その添加量は本発明に係る組成物中のエポキシ樹脂とエポキシ樹脂硬化剤とからなる樹脂成分に対して1～10重量%が好ましい。1重量%未満では常温における硬化後の耐熱性が充分でなく、10重量%を超えるとその硬化の際急激な発熱が起こる事があり、また耐水性が低下する恐れがあり、いずれも好ましくない。

【0028】本発明に係る中性子遮蔽材用組成物に使用される硼素化合物には、炭化硼素のほか窒化硼素、無水硼酸、硼素鉄、灰硼石、正硼酸、メタ硼酸等があるが、中性子遮蔽性能の点で炭化硼素が最も好ましい。

【0029】上記の硼素化合物は、粉末が用いられるがその粒度及び添加量には特に制限はない。しかし、マトリックス樹脂のエポキシ樹脂内の分散性、中性子に対する遮蔽性を考慮すれば平均粒径は1～200ミクロン程度が好ましく、10～100ミクロン程度がより好ましく、20～50ミクロン程度が特に好ましい。一方、添加量は後述の充填剤も含めた組成物全体に対して0.5ないし20重量%の範囲が最も好ましい。0.5重量%未満では加えた硼素化合物の中性子遮蔽材としての効果が低く、また、20重量%を超えた場合は硼素化合物を均一

に分散させることが困難になる。

【0030】本発明に係る組成物において使用される無機充填剤は、硬化発熱や硬化収縮の緩和のため添加するもので、シリカ、アルミナ、炭酸カルシウム、三酸化アンチモン、酸化チタン、アスベスト、クレー、マイカ等の粉末の他、ガラス繊維等も用いられ、また、必要に応じ炭素繊維等を添加しても良い。更に必要に応じて、離型剤としての天然ワックス、脂肪酸の金属塩、酸アミド類、脂肪酸エステル類等、難燃剤としての塩化パラフィン、ブロムトルエン、ヘキサブロムベンゼン、三酸化アンチモン等、着色剤としてのカーボンプラック、ベンガラ等の他、シランカップリング剤、チタンカップリング剤等を適宜添加しても良い。これら無機充填剤の添加量は上記組成物全体中30～70重量%が好ましい。30重量%未満では見かけの硬化収縮が大きくなり、硬化物の密度が小さくなるなど好ましくなく、また、70重量%を超えるとエポキシ樹脂とエポキシ樹脂硬化剤からなる樹脂成分の粘度が高くなるため脱泡が難しくなり、また硬化後の各種物性が低下するので好ましくない。

【0031】

【実施例】以下実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

実施例1

エポキシ樹脂として1, 3-ビス(N, N-ジグリシジルアミノメチル)シクロヘキササン(三菱瓦斯化学(株)製、商品名「TETRAD-C」)なるエポキシ樹脂4kgとビスフェノールF型エポキシ樹脂1kg、エポキシ樹脂硬化剤として構造式(I)で示されるポリアミン混合物(n=0が26.1重量%、n=1～2が31.9重量%、n=3～5が23.2重量%、n=6～9が15.2重量%、n=10～12が3.6重量%)(三菱瓦斯化学(株)製、商品名「ガスカミン328」)1.35kgと2-エチル-4-メチルイミダゾールなるイミダゾール化合物0.1kg、硼素化合物として炭化硼素0.19kg及び無機充填材として水酸化アルミニウム8.9kgを混合攪拌後十分脱泡して混合樹脂を得た。その混合樹脂を3mmの間隙を有する2枚のテフロン板の間に流し込んだ。その際の作業性と混合樹脂15kgスケールのポットライフを表1に示す。更にこの3mm間隙のテフロン板の間で混合樹脂をそのまま常温で12日間硬化させ、その硬化物の比重、耐熱性(熱変形温度)、及び圧縮強度を測定した。また、中性子遮蔽材としての適性の有無の判断目安として、使用される樹脂の水素含量がある一定量以上あるかどうかを参考になる。その目的のため、この硬化物の主な元素及び成分の分析を行った。なお、中性子遮蔽材は耐放射線性の尺度として放射線照射前後の曲げ強度及び曲げ弾性率を測定し、照射に対するこれらの値の保持率が問題になるが、照射前のこれら強度及び弾性率を知っておくことも重要であるので、上記硬化物についてこれらの値も測定した。



【0032】これらの項目のうち主な評価方法及び測定方法について説明する。

〔作業性〕混合樹脂の粘度、脱泡性及び3mmの間隙を有する2枚のテフロン板の間に混合樹脂を流し込むことが容易かどうかを感覚により、総合的に判定する（判定結果の表示は◎：良好、×：不良）。なお、脱泡性の良否は硬化物の比重とその計算値の比較によっても判断できるので実施例1についてのみ硬化物の比重の実測を行い、計算値との比較を試みた。

〔ポットライフ〕混合樹脂15kgを縦23cm、横23cm、高さ30cmの金属製の容器の中に入れ、該混合樹脂の中心には熱伝対を置き、該混合樹脂が最高発熱温度を示すまでの時間（分）を測定する。

〔熱変形温度〕JIS K 7207

〔圧縮強度〕JIS K 7208

作業性及びポットライフ（表1に示した）を除き、測定結果を次に示す。

〔物性値〕

熱変形温度：60℃（常温12日間の硬化物について測定）

120℃（同硬化物について更に90℃で6時間、後硬化を行なった後測定）

170℃（同硬化物について更に110℃で6時間、後硬化を行なった後測定）

圧縮強度：2500kgf/cm<sup>2</sup>（同硬化物について-10℃で測定）

1750kgf/cm<sup>2</sup>（同硬化物について25℃で測定）

800kgf/cm<sup>2</sup>（同硬化物について120℃で測定）

比重：1.65（同硬化物について測定）、1.64（計算値）

曲げ強度：783kgf/cm<sup>2</sup>（同硬化物について25℃で測定）

曲げ弾性率：41.4Tonf/cm<sup>2</sup>（同硬化物について25℃で測定）

〔元素等分析値〕

水素：6.1重量%

炭素：28.4重量%

アルミニウム：19.8重量%

炭化硼素：1.2重量%

なお、炭化硼素粉末は均一に分散していた。作業性、ポットライフ、耐熱性、機械強度共に優れていることが分かる。

【0033】実施例2

実施例1において用いた1, 3-ビス（N, N-ジグリシジルアミノメチル）シクロヘキサンのTETRAD-Cを3.5kg、ビスフェノールF型エポキシ樹脂を1.5kg、エポキシ硬化剤として実施例1で用いたガスカミン328を1.20kg、2-エチル-4-メチルイミダ

ゾールを0.05kg、硼素化合物として炭化硼素を0.19kg、無機充填材として水酸化アルミニウムを7.9kg同時に混合攪拌後十分脱泡して、混合樹脂を得た。この混合樹脂を3mmの間隙を有する2枚のテフロン板の間に流し込み、その際の作業性と混合樹脂15kgスケールのポットライフを試験し表1に示した。作業性、ポットライフ共に優れていることが分かる。

【0034】比較例1

実施例1と同様にエポキシ樹脂TETRAD-Cを3.5kg、ビスフェノールF型エポキシ樹脂を1.5kg、エポキシ硬化剤として2-エチル-4-メチルイミダゾールを0.5kg、硼素化合物として炭化硼素を0.3kg、無機充填材として水酸化アルミニウムを7.9kgを同時に混合攪拌後十分脱泡して混合樹脂を得た。この混合樹脂を3mmの間隙を有する2枚のテフロン板の間に流し込みその際の作業性と混合樹脂15kgスケールのポットライフを試験しその結果を表1に示した。更にこの3mm間隙のテフロン板の間で混合樹脂をそのまま常温で12日間硬化させ、その硬化物の耐熱性（熱変形温度）、及び圧縮強度を測定した。

熱変形温度：32℃（常温12日間の硬化物について測定）

163℃（同硬化物について更に110℃で6時間、後硬化を行なった後測定）

圧縮強度：460kgf/cm<sup>2</sup>（同硬化物について25℃で測定）

520kgf/cm<sup>2</sup>（同硬化物について120℃で測定）

以上の如く、作業性は良好であったが、実施例1の結果に比較し、後硬化をしていない常温硬化物自体の熱変形温度は低く、また圧縮強度は測定条件にかかわらず低いことが分かる。

【0035】比較例2

エポキシ樹脂としてビスフェノールF型エポキシ樹脂5kg、エポキシ硬化剤として実施例1において使用したガスカミン328を1.20kg、2-エチル-4-メチルイミダゾールを0.05kg、硼素化合物として炭化硼素を0.17kg、無機充填材として水酸化アルミニウムを8.0kg合わせて同時に混合攪拌後十分脱泡して混合樹脂を得た。この混合樹脂を3mmの間隙を有する2枚のテフロン板の間に流し込み、その際の作業性と混合樹脂15kgスケールのポットライフを試験し、その結果を表1に示した。更にこの3mm間隙のテフロン板の間で混合樹脂をそのまま常温で12日間硬化させ、その硬化物の耐熱性（熱変形温度）、及び圧縮強度を測定した。

熱変形温度：38℃（常温12日間の硬化物について測定）

132℃（110℃で6時間の硬化物について測定）

圧縮強度：980kgf/cm<sup>2</sup>（同硬化物について

25℃で測定)  
以上の如く、作業性は不良であり、実施例1の結果に比較し、後硬化をしていない常温硬化物自体の熱変形温度、圧縮強度はいずれも低いことが分かる。

【0036】比較例3  
実施例1同様のエポキシ樹脂TETRAD-Cを3.5kg、ビスフェノールF型エポキシ樹脂を1.5kg、エポキシ樹脂硬化剤として実施例1で使用したガスカミン328を2.0kg、硼素化合物として炭化硼素を0.19kg、無機充填材として水酸化アルミニウムを7.9kg、合わせて混合攪拌後十分脱泡して混合樹脂を得た。この混合樹脂を3mmの間隙を有する2枚のテフロン板の間に流し込み、その際の作業性と混合樹脂15kgスケールのポットライフを試験し、その結果を表1に示した。更にこの3mm間隙のテフロン板の間で混合樹脂をその

まま常温で12日間硬化させた。その硬化物の熱変形温度及び圧縮強度を次に示す。  
熱変形温度：57℃（常温12日間の硬化物について測定）  
76℃（同硬化物について更に110℃で6時間、後硬化を行った後測定）  
圧縮強度：1350kgf/cm<sup>2</sup>（同硬化物について25℃で測定）  
同硬化物について120℃で測定しようとしたが、流動性が大で、測定できなかった。  
以上の如く、作業性は不良であり、実施例1の結果に比較し、熱変形温度、圧縮強度はいずれも低いことが分かる。  
【0037】  
【表1】

|            | 実施例1 | 実施例2 | 比較例1 | 比較例2 | 比較例3 |
|------------|------|------|------|------|------|
| 作業性        | ◎    | ◎    | ◎    | ×    | ◎    |
| ポットライフ (分) | 200  | 180  | 600  | 50   | 70   |

【0038】  
【発明の効果】本発明に係る中性子遮蔽材用組成物は低粘度であり、従来使用されている中性子遮蔽材原料に比べて優れた作業性を有し、常温で硬化し、しかもその硬

化物は従来同様の中性子遮蔽性能を維持しつつ、優れた耐熱性を有すると共に低温から高温までの広い温度領域において、機械的強度、特に圧縮強度に優れている。

フロントページの続き

(72)発明者 奥田 久志  
神奈川県横浜市鶴見区鶴見中央2丁目5番  
5号 株式会社アスク内

(72)発明者 原田 恵文  
神奈川県横浜市鶴見区鶴見中央2丁目5番  
5号 株式会社アスク内